04.10.2004

REC'D 26 NOV 2004

PCT

WIFO

H JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の曹類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2003年10月16日

出 Application Number:

特願2003-356031

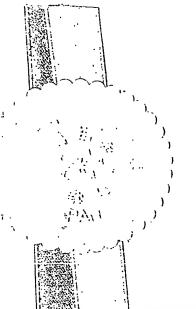
[ST. 10/C]:

[JP2003-356031]

出 人 Applicant(s):

住友電工焼結合金株式会社

住友電気工業株式会社

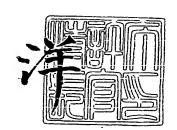


SUBMITTED OR TRANSMITTED IN

COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年11月12日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office



【書類名】 特許願 【整理番号】 1031866 【提出日】 平成15年10月16日 【あて先】 特許庁長官殿 【国際特許分類】 H01F 1/33 H01F 1/22 【発明者】 【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊 丹製作所内 【氏名】 豊田 晴久 【発明者】 【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 丹製作所内 【氏名】 五十嵐 直人 【発明者】 【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊 丹製作所内 【氏名】 西岡 隆夫 【特許出願人】 【識別番号】 000002130 【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 【氏名又は名称】 住友電気工業株式会社 【代理人】 【識別番号】 100064746 【弁理士】 【氏名又は名称】 深見 久郎 【選任した代理人】 【識別番号】 100085132 【弁理士】 【氏名又は名称】 森田 俊雄 【選任した代理人】 【識別番号】 100083703 【弁理士】 【氏名又は名称】 仲村 義平 【選任した代理人】 【識別番号】 100096781 【弁理士】 【氏名又は名称】 堀井 豊 【選任した代理人】 【識別番号】 100098316 【弁理士】 【氏名又は名称】 野田 久登 【選任した代理人】 【識別番号】 100109162 【弁理士】 【氏名又は名称】 酒井 將行

【手数料の表示】

【納付金額】

【予納台帳番号】

008693

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 特許請求の範囲 1

 【物件名】
 明細書 1

 【物件名】
 図面 1

 【物件名】
 要約書 1

 【包括委任状番号】
 9908053

【曹類名】特許請求の範囲

【請求項1】

金属磁性粒子を温度400℃以上900℃未満で第1の熱処理をする工程と、 前記金属磁性粒子が絶縁被膜によって取り囲まれた複数の複合磁性粒子を形成する工程 と、

前記複数の複合磁性粒子を加圧成形することによって成形体を形成する工程とを備える 、軟磁性材料の製造方法。

【請求項2】

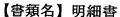
前記第1の熱処理をする工程は、前記金属磁性粒子を温度700℃以上900℃未満で 熱処理をする工程を含む、請求項1に記載の軟磁性材料の製造方法。

【請求項3】

前記成形体を温度200℃以上前記絶縁被膜の熱分解温度以下で第2の熱処理をする工 程をさらに備える、請求項1または2に記載の軟磁性材料の製造方法。

【請求項4】

前記成形体を形成する工程は、前記複数の複合磁性粒子が有機物で接合された前記成形 体を形成する工程を含む、請求項1から3のいずれか1項に記載の軟磁性材料の製造方法



【発明の名称】軟磁性材料の製造方法

【技術分野】

[0001]

この発明は、一般的には、軟磁性材料の製造方法に関し、より特定的には、金属磁性粒子と、その金属磁性粒子を覆う絶縁被膜とによって構成される複合磁性粒子を用いた軟磁性材料の製造方法に関する。

【背景技術】

[0002]

従来、モーターコアやトランスコアなどの電気電子部品において高密度化および小型化が図られており、より精密な制御を小電力で行えることが求められている。このため、これらの電気電子部品の作製に使用される軟磁性材料であって、特に中高周波領域において優れた磁気的特性を有する軟磁性材料の開発が進められている。

[0003]

このような軟磁性材料に関して、たとえば、特開2002-246219号公報には、高い温度環境下の使用に際しても磁気特性が維持できることを目的とした圧粉磁心およびその製造方法が開示されている(特許文献1)。特許文献1に開示された圧粉磁心の製造方法によれば、まず、リン酸被膜処理アトマイズ鉄粉に所定量のポリフェニレンサルファイド(PPS樹脂)を混合し、これを圧縮成形する。得られた成形体を空気中において温度320℃で1時間加熱し、さらに温度240℃で1時間加熱する。その後、冷却することによって圧粉磁心を作製する。

【特許文献1】特開2002-246219号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

[0004]

このように作製された圧粉磁心の内部に、多数の歪み(転位、欠陥)が存在する場合、これらの歪みは磁壁移動(磁束変化)の妨げとなるため、圧粉磁心の透磁率を低下させる原因となる。特許文献1に開示された圧粉磁心では、二度に渡って成形体に実施される熱処理によっても内部に存在する歪みが十分に解消されていない。このため、得られた圧粉磁心の実効透磁率は、周波数やPPS樹脂の含有量によっても変化するが、常に400以下の低い値にとどまっている。

[0005]

また、圧粉磁心の内部に存在する歪みを十分に低減させるため、成形体に実施する熱処理の温度を高くすることが考えられる。しかし、アトマイズ鉄粉を覆うリン酸化合物は、耐熱性に劣っているため、温度を高く設定すると熱処理時に劣化する。このため、リン酸被膜処理アトマイズ鉄粉の粒子間渦電流損が増大し、圧粉磁心の透磁率が低下するおそれが生じる。

[0006]

そこでこの発明の目的は、上記の課題を解決することであり、所望の磁気的特性が得られる軟磁性材料の製造方法を提供することである。

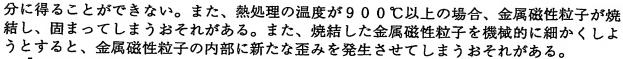
【課題を解決するための手段】

[0007]

この発明に従った軟磁性材料の製造方法は、金属磁性粒子を温度400℃以上900℃未満で第1の熱処理をする工程と、金属磁性粒子が絶縁被膜によって取り囲まれた複数の複合磁性粒子を形成する工程と、複数の複合磁性粒子を加圧成形することによって成形体を形成する工程とを備える。

[0008]

このように構成された軟磁性材料の製造方法によれば、金属磁性粒子に第1の熱処理を行なうことによって、金属磁性粒子の内部に存在する歪み(転位、欠陥)を予め低減させておく。この際、熱処理の温度が400℃未満である場合、第1の熱処理による効果を十



[0009]

第1の熱処理の実施によって、成形体の内部に存在する歪みは、ほとんどが加圧成形時に発生したものとなり、第1の熱処理を実施しない場合と比較して、歪みを少なくすることができる。これにより、透磁率が増大し、保磁力が低減した所望の磁気的特性を得ることができる。また、金属磁性粒子の内部に存在する歪みが低減されているため、加圧成形時、複合磁性粒子は変形しやすい状態になっている。このため、複数の複合磁性粒子を隙間なく噛み合わせて成形体を形成することができ、成形体の密度を大きくすることができる。

[0010]

また好ましくは、第1の熱処理をする工程は、金属磁性粒子を温度700℃以上900 ℃未満で熱処理をする工程を含む。このように構成された軟磁性材料の製造方法によれば 、第1の熱処理によって、金属磁性粒子の内部に存在する歪みをさらに低減させることが できる。

[0011]

また好ましくは、成形体を温度200℃以上絶縁被膜の熱分解温度以下で第2の熱処理をする工程をさらに備える。このように構成された軟磁性材料の製造方法によれば、第2の熱処理によって、成形体の内部に存在する歪みを低減させる。この際、金属磁性粒子の内部に存在する歪みは予め低減されているため、成形体の内部に存在する歪みは、ほとんどが加圧成形時に複合磁性粒子が一定の方向に加圧されて発生したものである。このため、成形体の内部に存在する歪みは、互いに複雑に絡み合うことなく存在している。

[0012]

このような理由から、絶縁被膜の熱分解温度以下、たとえば、リン酸系絶縁被膜の場合では500℃以下という比較的低い温度であっても成形体の内部の歪みを十分に低減させることができる。また、熱処理の温度が絶縁被膜の熱分解温度以下であるため、金属磁性粒子を取り囲む絶縁被膜を劣化させることがない。このため、複合磁性粒子間で発生する粒子間渦電流損を確実に抑制することができる。一方、熱処理の温度が200℃未満である場合は、第2の熱処理による効果を十分に得ることができない。

[0013]

また好ましくは、成形体を形成する工程は、複数の複合磁性粒子が有機物で接合された成形体を形成する工程を含む。このように構成された軟磁性材料の製造方法によれば、複数の複合磁性粒子の各々の間には有機物が介在する。有機物は、加圧成形時に潤滑剤としての機能を発揮するため、絶縁被膜が破壊されることを抑制できる。

【発明の効果】

[0014]

以上説明したように、この発明に従えば、所望の磁気的特性が得られる軟磁性材料の製造方法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

[0015]

この発明の実施の形態について、図面を参照して説明する。

[0016]

図1は、この発明の実施の形態における軟磁性材料の製造方法によって作製された成形体を拡大して示す模式図である。図1を参照して、成形体は、金属磁性粒子10およびその金属磁性粒子10の表面を取り囲む絶縁被膜20からなる複数の複合磁性粒子30と、複数の複合磁性粒子30の各々の間に介在する有機物40とによって構成されている。複数の複合磁性粒子30の各々は、有機物40によって接合されていたり、複合磁性粒子30が有する凹凸の噛み合わせによって接合されている。

[0017]

[0018]

金属磁性粒子10の平均粒径は、 5μ m以上 300μ m以下であることが好ましい。金属磁性粒子10の平均粒径を 5μ m以上にした場合、金属が酸化されにくいため、軟磁性材料の磁気的特性を向上させることができる。また、金属磁性粒子10の平均粒径を 300μ m以下にした場合、後に説明する加圧成形時において混合粉末の圧縮性が低下するということがない。これにより、加圧成形によって得られた成形体の密度を大きくすることができる。

[0019]

なお、ここで言う平均粒径とは、ふるい法によって測定した粒径のヒストグラム中、粒径の小さいほうからの質量の和が総質量の50%に達する粒子の粒径、つまり50%粒径 Dをいう。

[0020]

次に、金属磁性粒子10を温度400℃以上900℃未満で熱処理する。熱処理の温度は、700℃以上900℃未満であることがさらに好ましい。熱処理前、金属磁性粒子10の内部には、多数の歪み(転位、欠陥)が存在している。金属磁性粒子10に熱処理を実施することによって、この歪みを低減させることができる。

[0021]

次に、金属磁性粒子10の表面に絶縁被膜20を形成することによって、複合磁性粒子30を作製する。絶縁被膜20は、金属磁性粒子10をリン酸処理することによって形成することができる。

[0022]

また、酸化物を含有する絶縁被膜20を形成しても良い。この酸化物を含有する絶縁被膜20としては、リンと鉄とを含むリン酸鉄の他、リン酸マンガン、リン酸亜鉛、リン酸カルシウム、リン酸アルミニウム、酸化シリコン、酸化チタン、酸化アルミニウムまたは酸化ジルコニウムなどの酸化物絶縁体を使用することができる。

[0023]

絶縁被膜 20 は、金属磁性粒子 10 間の絶縁層として機能する。金属磁性粒子 10 を絶縁被膜 20 で覆うことによって、軟磁性材料の電気抵抗率 ρ を大きくすることができる。これにより、金属磁性粒子 10 間に渦電流が流れるのを抑制して、渦電流に起因する軟磁性材料の鉄損を低減させることができる。

[0024]

絶縁被膜 20 の厚みは、0.005 μ m以上 20 μ m以下であることが好ましい。絶縁被膜 20 の厚みを 0.005 μ m以上とすることによって、渦電流によるエネルギー損失を効果的に抑制することができる。また、絶縁被膜 20 の厚みを 20 μ m以下とすることによって、軟磁性材料に占める絶縁被膜 20 の割合が大きくなりすぎることがない。このため、軟磁性材料の磁束密度が著しく低下することを防止できる。

[0025]

次に、複合磁性粒子30と有機物40とを混合することによって混合粉末を得る。なお、混合方法に特に制限はなく、たとえばメカニカルアロイング法、振動ボールミル、遊星ボールミル、メカノフュージョン、共沈法、化学気相素着法(CVD法)、物理気相素着法(PVD法)、めっき法、スパッタリング法、蒸着法またはゾルーゲル法などのいずれを使用することも可能である。

[0026]



有機物40としては、熱可塑性ポリイミド、熱可塑性ポリアミド、熱可塑性ポリアミドイミド、ポリフェニレンサルファイド、ポリアミドイミド、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミドまたはポリエーテルエーテルケトンなどの熱可塑性樹脂や、全芳香族ポリエステルまたは全芳香族ポリイミドなどの非熱可塑性樹脂や、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、パルミチン酸リチウム、パルミチン酸カルシウム、オレイン酸リチウムおよびオレイン酸カルシウムなどの高級脂肪酸系を用いることができる。また、これらを互いに混合して用いることもできる。

[0027]

軟磁性材料に対する有機物40の割合は、0を超え1.0質量%以下であることが好ましい。有機物40の割合を1.0質量%以下とすることによって、軟磁性材料に占める金属磁性粒子10の割合を一定以上に確保することができる。これにより、より高い磁束密度の軟磁性材料を得ることができる。

[0028]

次に、得られた混合粉末を金型に入れ、たとえば、700MPaから1500MPaまでの圧力で加圧成形する。これにより、混合粉末が圧縮されて成形体が得られる。加圧成形する雰囲気は、不活性ガス雰囲気または減圧雰囲気とすることが好ましい。この場合、大気中の酸素によって混合粉末が酸化されるのを抑制できる。

[0029]

加圧成形の際、有機物40は、複合磁性粒子30の間で緩衝材として機能する。これにより、複合磁性粒子30同士の接触によって絶縁被膜20が破壊されることを防ぐ。

[0030]

次に、加圧成形によって得られた成形体を、温度200℃以上絶縁被膜20の熱分解温度以下で熱処理する。絶縁被膜20の熱分解温度は、たとえばリン酸系絶縁被膜の場合、500℃である。この熱処理は、主に、加圧成形時に成形体の内部に発生した歪みを低減させることを目的として実施される。

[0031]

この際、金属磁性粒子10の内部に元々存在した歪みは、金属磁性粒子10に実施した 熱処理によって既に取り除かれているため、加圧成形後に成形体の内部に存在する歪みの 量は比較的少ない。また、加圧成形時に発生する歪みが、金属磁性粒子10の内部に元々 存在する歪みに複雑に絡み合うということがない。さらに、新たな歪みは、金型に収容さ れた混合粉末に対して圧力が一方向から加わることによって発生する。これらの理由から 、絶縁被膜20の熱分解温度以下という比較的低い温度で熱処理しているにもかかわらず 、成形体の内部に存在する歪みを容易に低減させることができる。

[0032]

また、金属磁性粒子10の内部には歪みがほとんど存在しないため、複合磁性粒子30は、加圧成形時に変形しやすい。このため、図1に示すように複数の複合磁性粒子30が互いに噛み合った隙間のない状態で、成形体を形成することができる。これにより、成形体の密度を大きくし、高い透磁率を得ることができる。

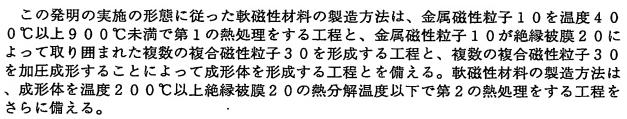
[0033]

また、成形体に対する熱処理は比較的低い温度で実施されるため、絶縁被膜20が劣化するということがない。これにより、熱処理後においても絶縁被膜20が金属磁性粒子10を覆う状態が保持され、絶縁被膜20によって金属磁性粒子10間に渦電流が流れるのを確実に抑制することができる。さらに好ましくは、加圧成形によって得られた成形体を、温度200℃以上300℃以下で熱処理する。この場合、絶縁被膜20の劣化をさらに抑制することができる。

[0034]

以上に説明した工程によって、図1中に示す成形体が完成する。なお本発明において、 複合磁性粒子30に対する有機物40の混合は必須の工程ではなく、有機物40を混合す ることなく、複合磁性粒子30のみで続く加圧成形工程を実施しても良い。

[0035]



[0036]

また、軟磁性材料の製造方法は、複数の金属磁性粒子 1 0 を温度 4 0 0 ℃以上 9 0 0 ℃ 未満で第 1 の熱処理をする工程と、複数の金属磁性粒子 1 0 を加圧成形することによって 成形体を形成する工程とを備える。

[0037]

このように構成された軟磁性材料の製造方法によれば、絶縁被膜20によって金属磁性粒子10を覆う前、金属磁性粒子10に所定の温度範囲で熱処理を行なっている。この熱処理によって、絶縁被膜20を劣化させることなく、歪みの量が少ない状態で成形体を形成することができるのでより好ましい。また、この成形体にさらに熱処理を行なうことによって、成形体の内部に存在する歪みをさらに低減させることができる。これにより、透磁率が増大し、保磁力が低減した所望の磁気的特性を得ることができる。

[0038]

なお、本発明による軟磁性材料の製造方法は、たとえば、圧粉磁心、チョークコイル、 スイッチング電源素子、磁気ヘッド、各種モータ部品、自動車用ソレノイド、各種磁気センサおよび各種電磁弁などの製品の作製に利用することができる。

【実施例】

[0039]

本発明による軟磁性材料の製造方法を評価するため、以下に説明する実施例を行なった

[0040]

実施の形態に記載の製造方法に従って、図1中の成形体を作製した。この際、金属磁性粒子10として、ヘガネス社製の鉄粉(商品名「ASC100.29」)を用いた。100℃から1000℃までの範囲の異なる温度条件下のもと、この金属磁性粒子10に熱処理を行なった。熱処理は、水素または不活性ガス中で1時間行なった。その後、金属磁性粒子10を覆うように絶縁被膜20としてのリン酸塩被膜を形成し、複合磁性粒子30を作製した。また、金属磁性粒子10に対して熱処理を実施しなかった場合の複合磁性粒子30も作製した。

[0041]

本実施例では、有機物40を混合せず、複合磁性粒子30を金型に入れて加圧成形を行なった。加圧圧力を882MPaとした。得られた成形体の最大透磁率および保磁力を測定した。次に、成形体に温度300℃で1時間の熱処理を行なった。その後、成形体の最大透磁率および保磁力を再び測定した。

[0042]

表1に最大透磁率および保磁力の測定値を示した。なお、表1中で、熱処理温度が30 Cの場合の各測定値は、金属磁性粒子10に対して熱処理を実施しなかった場合のもので ある。

[0043]



【表1】

金属磁性粒子	最大透磁率		保磁力(0e)	
に対する	熱処理前	熱処理後	熱処理前	熱処理後
熱処理温度	の成形体	の成形体	の成形体	の成形体
30	546. 7	650. 7	4. 85	2. 92
. 100	549. 0	652. 9	4. 83	2. 91
200	545. 6	651.8	4. 86	2. 91
300	567.4	671.7	4. 72	2. 90
400	591.5	736. 7	4. 55	2. 75
500	642. 4	828. 6	4. 21	2. 52
600	691.5	920. 5	3. 93	2. 13
700	705. 7	983. 4	3. 87	1. 99
800	712.8	998. 2	3. 85	1. 97
850	720.0	1003. 1	3. 83	1. 97
900	721.6	1009.8	3. 84	1. 98
1000	726. 9	1017. 9	3. 83	1. 96

[0044]

図2は、金属磁性粒子に実施した熱処理の温度と成形体の最大透磁率との関係を示すグラフである。図3は、金属磁性粒子に実施した熱処理の温度と成形体の保磁力との関係を示すグラフである。

[0045]

図 2 および図 3 から分かるように、金属磁性粒子 10 に対して 400 ℃以上 900 ℃未満の温度で熱処理することによって、熱処理前の成形体の最大透磁率を増大させ、保磁力を低減させることができた。特に、最大透磁率に関しては、保磁力よりも顕著にこのような効果を得ることができた。また、金属磁性粒子 10 に対して 700 ℃以上の温度で熱処理した場合には、測定した中でほぼ最大の最大透磁率と、ほぼ最小の保磁力を得ることができた。一方、温度 900 ℃および 1000 ℃で熱処理した場合は、金属磁性粒子 10 が部分的に焼結してしまい、その部分を次工程に使用できないという問題が生じた。また、温度 850 ℃で熱処理した場合と比較して、最大透磁率および保磁力ともほとんど変化が認められなかった。

[0046]

また、成形体に対して所定の温度で熱処理することによって、成形体の最大透磁率をさらに増大させ、保磁力をさらに低減させることができた。また図2から分かるように、最大透磁率をさらに増大させるこの効果は、金属磁性粒子10に対する熱処理温度が高いほど効果的に得られた。

[0047]

また、金属磁性粒子10に対して熱処理を実施しなかった場合の成形体と、400 \mathbb{C} 以上 900 \mathbb{C} 未満の温度で熱処理を実施した場合の成形体との密度をそれぞれ測定すると、前者の成形体では 7.50 g/c m³ となり、後者の成形体では 7.66 g/c m³ となった。これにより、金属磁性粒子 10 に対して所定の温度で熱処理することによって、成形体の密度を増大できることを確認できた。

[0048]

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれるこ



とが意図される。

【図面の簡単な説明】

[0049]

【図1】この発明の実施の形態における軟磁性材料の製造方法によって作製された成形体を拡大して示す模式図である。

【図2】金属磁性粒子に実施した熱処理の温度と成形体の最大透磁率との関係を示すグラフである。

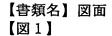
【図3】金属磁性粒子に実施した熱処理の温度と成形体の保磁力との関係を示すグラフである。

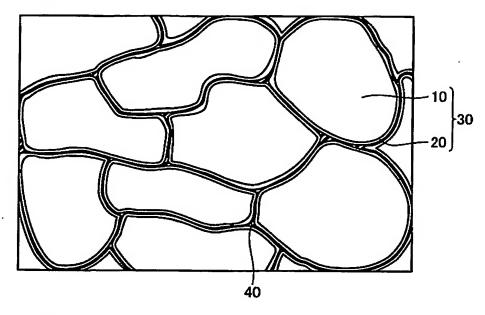
【符号の説明】

[0050]

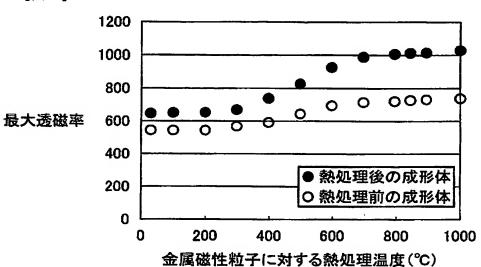
10 金属磁性粒子、20 絶縁被膜、30 複合磁性粒子、40 有機物。

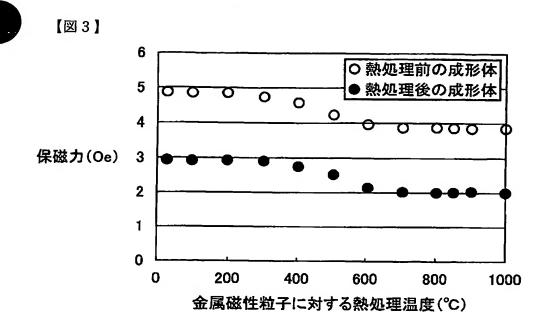






【図2】







【要約】

【課題】 所望の磁気的特性が得られる軟磁性材料の製造方法を提供する。

【解決手段】 軟磁性材料の製造方法は、金属磁性粒子10を温度400℃以上900℃未満で第1の熱処理をする工程と、金属磁性粒子10が絶縁被膜20によって取り囲まれた複数の複合磁性粒子30を形成する工程と、複数の複合磁性粒子30を加圧成形することによって成形体を形成する工程とを備える。

【選択図】

図 1

【書類名】 出願人名義変更届 【整理番号】 1031866 【提出日】 平成16年 3月19日 【あて先】 特許庁長官殿 【事件の表示】 【出願番号】 特願2003-356031 【承継人】 【識別番号】 593016411 【住所又は居所】 岡山県川上郡成羽町大字成羽2901番地 【氏名又は名称】 住友電工焼結合金株式会社 【承継人代理人】 【識別番号】 100064746 【弁理士】 【氏名又は名称】 深見 久郎 【選任した代理人】 【識別番号】 100085132 【弁理士】 【氏名又は名称】 森田 俊雄 【選任した代理人】 【識別番号】 100083703 【弁理士】 【氏名又は名称】 仲村 義平 【選任した代理人】 【識別番号】 100096781 【弁理士】 【氏名又は名称】 堀井 豊 【選任した代理人】 【識別番号】 100098316 【弁理士】 【氏名又は名称】 野田 久登 【選任した代理人】 【識別番号】 100109162 【弁理士】 【氏名又は名称】 酒井 將行 【手数料の表示】 【予納台帳番号】 008693 【納付金額】 4,200円 - 【提出物件の目録】 【物件名】 承継人であることを証明する書面 1 - 【提出物件の特記事項】 手続補足書にて提出

0313062

【包括委任状番号】



出願人履歴情報

識別番号

[000002130]

1. 変更年月日

1990年 8月29日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

氏 名

住友電気工業株式会社

出願人履歴情報

識別番号

[593016411]

1. 変更年月日

2003年 7月16日

[変更理由]

住所変更

住 所

岡山県川上郡成羽町大字成羽2901番地

氏 名

住友電工焼結合金株式会社

2. 変更年月日

2004年10月18日

[変更理由]

住所変更

住 所

岡山県高梁市成羽町成羽2901番地

氏 名

住友電工焼結合金株式会社